

МИКРОВОЛНОВАЯ ПРОБОПОДГОТОВКА ФЕРРОВОЛЬФРАМА И СИЛИКОКАЛЬЦИЯ В АНАЛИЗЕ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Черникова И.И., Остроухова У.А., Ермолаева Т.Н.

Липецкий государственный технический университет
398600, г. Липецк, ул. Московская, д. 30

Разработаны способы переведения в раствор перед анализом методом атомно-эмиссионной спектроскопии ферровольфрама и силикокальция, широко применяющихся в металлургической промышленности для раскисления и десульфурации расплавленных сплавов или легирования жаропрочных и конструкционных сталей, позволяющие существенно сократить стадию пробоподготовки.

Обоснованы составы реакционных смесей для разложения и алгоритм нагрева пробы в автоклаве, обеспечивающие эффективное переведение ферросплавов в раствор для последующего определения W, Mo, Mn, Si, P, Cu, As и Sn в ферровольфраме и Si, Ca, Al и P в силикокальции методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой. В работе использовали систему микроволнового разложения ETHOS PLUS (Италия), определение элементов проводили с помощью атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно-связанной плазмой iCAP 6500 Duo (США).

Для разложения ферровольфрама предложено использовать смесь азотной и плавиковой кислот. Экспериментальные исследования показали, что полное переведение ферровольфрама в раствор возможно с применением азотной и плавиковой кислот в соотношении 2:1 при однократном подъеме температуры до 100°C со скоростью 25 °C/мин и выдерживании при максимальной температуре в течение 5 мин.

Наиболее эффективным реагентом для разложения силикокальция является борофтороводородная кислота, способствующая удержанию кремния в растворе и предотвращающая выпадение в осадок фторидных комплексов кальция. Борофтороводородную кислоту получали непосредственно в реакционном сосуде микроволновой системы. Для этого к навеске пробы добавляли борную кислоту, а затем приливали смесь фтористоводородной и хлороводородной кислот. Экспериментальные исследования, выполненные с использованием стандартных образцов силикокальция ф25в и ф26б, показали, что полное разложение силикокальция, исключаящее потери летучих компонентов, возможно при двухступенчатом нагреве до 150°C со скоростью 23 °C/мин и выдерживании при максимальной температуре в течение 5 мин. В то же

время для растворения производственных образцов силикокальция, отличающихся высокой неоднородностью, рекомендуется дополнять реакционную смесь азотной кислотой. В этом случае для разложения силикокальция рекомендовано использовать кислотную смесь следующего состава: 2 г борной кислоты; 7 см³ смеси фтористоводородной и хлороводородной кислот (1:1); 2 см³ азотной кислоты.

Проверку правильности определения нормируемых элементов в ферровольфраме и силикокальции после микроволновой пробоподготовки проводили путем анализа ГСО методом АЭС ИСП. Статистическими методами установлено отсутствие значимых систематических погрешностей вследствие исключения потерь летучих компонентов и количественного переведения проб ферросплавов в раствор. Разработанные способы микроволновой пробоподготовки позволяют сократить общую продолжительность анализа ферросплавов более чем в 10 раз, снизить расход реагентов в 8 раз по сравнению с используемыми в настоящее время ГОСТированными методиками.

ЛЕТУЧИЕ ОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ В ВОЗДУХЕ УРФУ

Чернова Е.А., Данилов Д.А., Данилова Д.А.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Почему важно дышать чистым воздухом? Кроме кислорода, через легкие, в наш организм попадают различные вредные химические вещества и соединения. Изо дня в день, вдыхая смесь кислорода с ядовитыми веществами, в нашем организме нарушаются обменные процессы, происходит угнетение иммунной системы человека, и прогрессирует отмирание клеток головного мозга. Летучие органические соединения (ЛОС) – токсичные химические вещества, чья температура кипения, измеренная при стандартном давлении 101,3 кПа, ниже или равна 250 °С, могут находиться в воздухе в газообразном состоянии. Исследования показали, что уровень ЛОС в помещениях в 2-5 раз выше, чем на улице. Воздействие органических веществ, присутствующих в воздухе внутри помещений, вызывает у человека самые различные ответные реакции от нежелательных сенсорных эффектов до токсического действия.

Некоторые из ЛОС, присутствующих в воздухе внутри помещений (формальдегид и бензол), вызывают рак у животных. Крупнейшими источниками риска возникновения рака являются парадихлорбензол, формальдегид, хлороформ, ацетальдегид и бензол.